

# STIC Translation Branch Request Form for Translation

Phone: 308-0881 Crystal Plaza ¼, Room 2C15 <http://ptoweb/patents/stic/stic-transhome.htm>

SPE Signature Required for RUSH

Information in shaded areas marked with an \* is required  
Fill out a separate Request Form for each document

\*U. S. Serial No. : 10/076,070

\*Requester's Name: Joseph Rodriguez Phone No.: 7/308,6342

Office Location: CptS - 5A17 Art Unit/Org. : 3653

Is this for the Board of Patent Appeals? N

Date of Request: 7.7.03

\*Date Needed By: 8.7.03

(Please indicate a specific date)

## Document Identification (Select One):

Note: If submitting a request for patent translation, it is not necessary to attach a copy of the document with the request.  
If requesting a non-patent translation, please attach a complete, legible copy of the document to be translated to this form and submit it at your EIC or a STIC Library.

1. ✓ Patent \*Document No. 2000-26222  
\*Country Code JP  
\*Publication Date 5.2000  
\*Language JP

No. of Pages \_\_\_\_\_ (filled by STIC)

Translations Branch  
The world of foreign prior art to you

Translations

Article \*Author \_\_\_\_\_  
\*Language \_\_\_\_\_  
\*Country \_\_\_\_\_

Equivalent  
Searching

Foreign  
Patents

Other \*Type of Document \_\_\_\_\_  
\*Country \_\_\_\_\_  
\*Language \_\_\_\_\_

RECEIVED  
2003 JUL-8 PM 12:22  
TRANSLATIONS DIVISION  
USPTO SCIENTIFIC LIBRARY

To assist us in providing the most cost effective service, please answer these questions:

- ✓ Will you accept an English Language Equivalent? Y (Yes/No)
- ✓ Would you like to review this document with a translator prior to having a complete written translation?  
(Translator will call you to set up a mutually convenient time) N Yes/No
- ✓ Would you like a Human Assisted Machine translation? Y (Yes/No)  
Human Assisted Machine translations provided by Derwent/Schreiber is the default for Japanese Patents 1993 onwards with an Average 5-day turnaround.

## STIC USE ONLY

### Copy/Search

Processor: \_\_\_\_\_  
Date assigned: \_\_\_\_\_  
Date filled: \_\_\_\_\_  
Equivalent found: (Yes/No) no

Doc. No.: \_\_\_\_\_  
Country: \_\_\_\_\_

### Translation

Date logged in: 7.8.03  
PTO estimated words: 41  
Number of pages: \_\_\_\_\_  
In-House Translation Available: \_\_\_\_\_

### In-House

Translator: \_\_\_\_\_  
Assigned: \_\_\_\_\_  
Returned: \_\_\_\_\_

### Contractor:

Name: DW  
Priority: 5  
Sent: 7/9/03  
Returned: 7-15-03



PTO 2003-4369

S.T.I.C. Translations Branch



**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

<b>(19)【発行国】</b> 日本国特許庁 ( J P )	<b>(19)[ISSUING COUNTRY]</b> Japan Patent Office (JP)
<b>(12)【公報種別】</b> 公開特許公報 ( A )	<b>(12)[GAZETTE CATEGORY]</b> Laid-open Kokai Patent (A)
<b>(11)【公開番号】</b> 特開 2 0 0 0 - 2 8 2 2 2 2 ( P 2 0 0 0 - 2 8 2 2 2 2 A )	<b>(11)[KOKAI NUMBER]</b> Unexamined Japanese Patent 2000-282222(P2000-282222A)
<b>(43)【公開日】</b> 平成 1 2 年 1 0 月 1 0 日 ( 2 0 0 0 . 1 0 . 1 0 )	<b>(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]</b> (2000.10.10)
<b>(54)【発明の名称】</b> 超微粒子生成堆積装置	<b>(54)[TITLE of the Invention]</b> Ultrafine-particle generation deposition apparatus
<b>(51)【国際特許分類第 7 版】</b> C23C 14/28	<b>(51)[IPC Int. Cl. 7]</b> C23C 14/28
<b>【 F I 】</b> C23C 14/28	<b>[FI]</b> C23C 14/28
<b>【審査請求】</b> 未請求	<b>[REQUEST FOR EXAMINATION]</b> No
<b>【請求項の数】</b> 1 0	<b>[NUMBER OF CLAIMS]</b> 10
<b>【出願形態】</b> O L	<b>[FORM of APPLICATION]</b> Electronic
<b>【全頁数】</b> 9	<b>[NUMBER OF PAGES]</b> 9

(21) 【出願番号】

特願平 1 1 - 8 7 8 6 5

(21)[APPLICATION NUMBER]

Japanese Patent Application (1999-87865)  
Heisei 11-87865

(22) 【出願日】

平成 1 1 年 3 月 3 0 日 ( 1 9 9 9 . 3 . 3 0 )

(22)[DATE OF FILING]

(1999.3.30)

(71) 【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

3 9 0 0 1 0 0 2 1

[ID CODE]

390010021

【氏名又は名称】

松下技研株式会社

[NAME OR APPELLATION]

K.K., Matsushita Research Institute

【住所又は居所】

神奈川県川崎市多摩区東三田 3  
丁目 1 0 番 1 号

[ADDRESS or DOMICILE]

(74) 【上記 1 名の代理人】

(74)[AGENT for above 1 applicant]

【識別番号】

1 0 0 0 8 2 6 9 2

[ID CODE]

100082692

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】

蔵合 正博

[NAME OR APPELLATION]

Kuraai Masahiro

(71) 【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

<b>【識別番号】</b> 0 0 0 0 1 1 4 4	<b>[ID CODE]</b> 000001144
<b>【氏名又は名称】</b> 工業技術院長	<b>[NAME OR APPELLATION]</b> Chief of Agency of Industrial Science and Technology
<b>【住所又は居所】</b> 東京都千代田区霞が関 1 丁目 3 番 1 号	<b>[ADDRESS or DOMICILE]</b>
<b>(74) 【上記 1 名の復代理人】</b>	<b>(74)[AGENTS for above 1 applicant(s)]</b>
<b>【識別番号】</b> 1 0 0 0 8 2 6 9 2	<b>[ID CODE]</b> 100082692
<b>【弁理士】</b>	<b>[PATENT ATTORNEY]</b>
<b>【氏名又は名称】</b> 蔵合 正博 (外 1 名)	<b>[NAME OR APPELLATION]</b> Kuraai Masahiro (et al.)
<b>(72) 【発明者】</b>	<b>(72)[INVENTOR]</b>
<b>【氏名】</b> 鈴木 信 靖	<b>[NAME OR APPELLATION]</b> Suzuki Nobuyasu
<b>【住所又は居所】</b> 神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式会社内	<b>[ADDRESS or DOMICILE]</b>
<b>(72) 【発明者】</b>	<b>(72)[INVENTOR]</b>

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
吉 田 岳 人	Yoshida Gakuto

【住所又は居所】	[ADDRESS or DOMICILE]
神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式 会社内	

(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
------------	----------------

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
牧 野 俊 晴	Makino Toshiharu

【住所又は居所】	[ADDRESS or DOMICILE]
神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式 会社内	

(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
------------	----------------

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
山 田 由 佳	Yamada Yuka

【住所又は居所】	[ADDRESS or DOMICILE]
神奈川県川崎市多摩区東三田 3 丁目 1 0 番 1 号 松下技研株式 会社内	

(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
------------	----------------

【氏名】	[NAME OR APPELLATION]
------	-----------------------

瀬戸 章文

Seto Akifumi

**【住所又は居所】****[ADDRESS or DOMICILE]**

茨城県つくば市並木1丁目2番  
地 工業技術院機械技術研究所  
内

**(72)【発明者】****(72)[INVENTOR]****【氏名】****[NAME OR APPELLATION]**

綾 信 博

Aya Nobuhiro

**【住所又は居所】****[ADDRESS or DOMICILE]**

茨城県つくば市並木1丁目2番  
地 工業技術院機械技術研究所  
内

**【テーマコード（参考）】****[Theme code (reference)]**

4K029

4K029

**【Fターム（参考）】****[F term (reference)]**

4K029 BA35 BC07 BD01 CA01  
DA00 DA02 DA05 DB08 DB20  
EA08

4K029 BA35 BC07 BD01 CA01 DA00 DA02  
DA05 DB08 DB20 EA08

**(57)【要約】****(57)[ABSTRACT of the Disclosure]****【課題】****[SUBJECT of the Invention]**

高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積を行い、併せて超微粒子に対する汚染・ダメージを軽減する超微粒子生成堆積装置を提供すること。

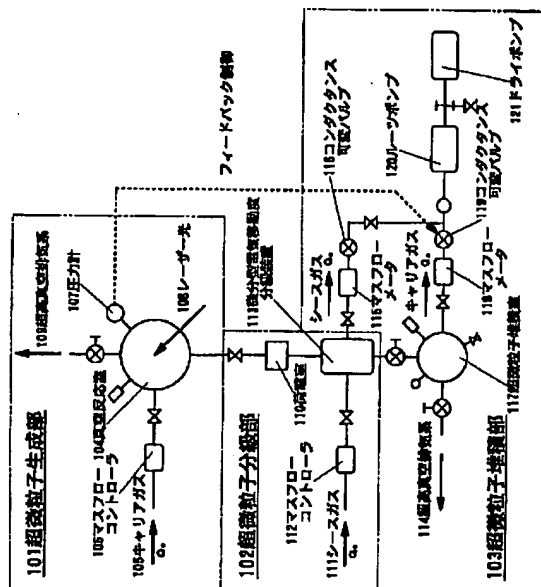
Provide the ultrafine-particle generation deposition apparatus which produces a high-purity ultrafine particle efficiently, and deposits and lightens the contamination \* damage with respect to an ultrafine particle collectively.

**【解決手段】**

低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光108で励起し、アブレーション反応によってターゲット材の脱離・射出を行い、脱離・射出物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、この超微粒子をアブレーションプルームの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部101、収集された超微粒子を荷電し、分級装置113を用いて分級する超微粒子分級部102、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部103から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行う超微粒子生成堆積装置である。

**[PROBLEM to be solved]**

The ultrafine-particle generation section 101 which a target material is excited with the laser light 108 by low voltage noble-gas atmosphere, ablation reaction performs the detachment \* emission of a target material, and the detachment \* emission matter is condensed \* grown up in the air, generates a ultrafine particle, and collects these ultrafine particles with the ultrafine-particle collection pipe arranged in the growth direction of an ablation plume, the ultrafine-particle classification section 102 which the collected ultrafine particle is electrically charged and is classified using classifier 113, the ultrafine-particle deposition section 103 which deposits the classified ultrafine particle through the nozzle for ultrafine-particle deposition on the deposition substrate, it is the ultrafine-particle generation deposition apparatus which comprises these and which performs from generation of a ultrafine particle to deposition in the process of a continuous package.



- 101: Ultrafine-particle generation section
- 102: Ultrafine-particle classification section
- 103: Ultrafine-particle deposition section
- 104: Vacuum reaction chamber
- 105: Carrier gas
- 106: Mass-flow controller
- 107: Pressure indicator
- 108: Laser light
- 109: Ultra-high-vacuum exhaust gas -based
- 110: Charge chamber
- 111: Sheath gas
- 112: Mass-flow controller
- 113: Differentiated type electrical-mobility classifier
- 114: Ultra-high-vacuum exhaust gas -based
- 115: Mass-flow meter
- 116: Conductance variable valve
- 117: Ultrafine-particle deposition chamber
- 118: Mass-flow meter
- 119: Conductance variable valve
- 120: Roots vacuum pump
- 121: Dry pump



From a thing top without a number;

Feedback control

Sheath gas

Carrier gas

**【特許請求の範囲】**

**[CLAIMS]**

**【請求項 1】**

低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光で励起し、アブレーション反応によって前記ターゲット材の脱離・射出を行い、前記アブレーション反応によって脱離・射出された物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、生成された超微粒子を前記アブレーション反応によって生じたアブレーションルームの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部、収集された超微粒子を荷電し微分型電気移動度分級装置を用いて分級する超微粒子分級部、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行うことを特徴とする超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 1]**

A target material is excited with a laser light by low voltage noble-gas atmosphere, ablation reaction performs the detachment \* emission of said target material, the substance which said ablation reaction detached \* emitted is condensed \* grown up in the air, and a ultrafine particle is generated, it collects with the ultrafine-particle collection pipe arranged in the growth direction of the ablation plume which produced the generated ultrafine particle according to said ablation reaction.

The above-mentioned ultrafine-particle generation section, the ultrafine-particle classification section which the collected ultrafine particle is electrically charged and is classified using a differentiated type electrical-mobility classifier, the ultrafine-particle deposition section which deposits the classified ultrafine particle through the nozzle for ultrafine-particle deposition on the deposition substrate, the ultrafine-particle generation deposition apparatus characterized by performing from the generation of a ultrafine particle which comprises these to deposition in the process of a continuous package.

**【請求項 2】**

前記超微粒子生成部、分級部、堆積部を超高真空に排気後、高純度の低圧希ガス雰囲気下で超微粒子の生成・分級・堆積を行うことを特徴とする請求項 1 記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 2]**

A ultrafine-particle generation deposition apparatus of Claim 1, in which after exhausting said ultrafine-particle generation section, the classification section, and the deposition section to a ultra-high vacuum, generation \* classification \* deposition of a ultrafine particle is performed in the low voltage noble-gas atmosphere of a high purity.

**【請求項 3】**

さらに、前記超微粒子生成部に設けた圧力計により前記超微粒子堆積部に接続された排気ポンプの排気速度をフィードバック制御することを特徴とする請求項 1 あるいは 2 記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 3]**

An ultrafine-particle generation deposition apparatus of Claim 1 or 2, in which furthermore, the exhaust speed of the exhaust-gas pump connected to said ultrafine-particle deposition section by the pressure indicator formed in said ultrafine-particle generation section is feedback controlled.

**【請求項 4】**

前記超微粒子収集パイプの位置を前記ターゲット材に対して 3 軸方向に移動可能とする超微粒子収集パイプ移動機構を有することを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 4]**

An ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claim 1 to 3, which has the ultrafine-particle collection pipe moving mechanism which makes movable the position of said ultrafine-particle collection pipe to said target material at 3 axial direction.

**【請求項 5】**

さらに、前記超微粒子収集パイプを形状・構造が異なるパイプと容易に交換可能となる超微粒子収集パイプ着脱機構を有することを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 5]**

A ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claims 1 to 4, in which furthermore, it has the ultrafine-particle collection pipe attachment or detachment mechanism in which said ultrafine-particle collection pipe is easily exchangeable for the pipe with which shape \* structure differs.

**【請求項 6】**

前記超微粒子分級部において超微粒子の荷電に放射性同位体を用いる請求項 1 から 5 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 6]**

The ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claim 1 to 5 which uses a radioisotope for the charge of a ultrafine particle in said ultrafine-particle classification section.

**【請求項 7】**

前記超微粒子分級部において超微粒子の荷電に紫外光ランプを用いる請求項 1 から 5 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 7]**

The ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claim 1 to 5 which uses a ultra-violet-ray lamp for the charge of a ultrafine particle in said ultrafine-particle classification section.

**【請求項 8】**

前記超微粒子堆積用ノズルと前記堆積基板間の距離を可変する移動機構を有する請求項 1 から 7 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 8]**

The ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claim 1 to 7 which has the moving mechanism which varies the distance between said nozzles for ultrafine-particle deposition and said deposition substrates.

**【請求項 9】**

前記超微粒子堆積基板を冷却する機構を有する請求項 1 から 8 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 9]**

The ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claim 1 to 8 which has the mechanism which cools said ultrafine-particle deposition substrate.

**【請求項 10】**

前記超微粒子堆積基板を帯電する機構を有する請求項 1 から 8 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

**[CLAIM 10]**

The ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of Claim 1 to 8 which has the mechanism which charges said ultrafine-particle deposition substrate.

**【発明の詳細な説明】****[DETAILED DESCRIPTION of the**

## INVENTION]

【 0 0 0 1 】

[0001]

## 【発明の属する技術分野】

本発明は機能材料製造装置に関するものであり、特に、量子サイズ効果から様々な機能発現が期待できる超微粒子の粒径制御、収量向上、汚染軽減をなし得る優れた特徴を有する機能材料製造装置に関するものである。

## [TECHNICAL FIELD of the Invention]

This invention relates to functional-material manufacturing equipment, especially, it is related with the functional-material manufacturing equipment which has the particle-size control of the ultrafine particle which can anticipate various functional expressions from the quantum size effect, and the characteristics which can accomplish a yield improvement and contamination lightening, and which were excellent.

【 0 0 0 2 】

[0002]

## 【従来の技術】

Si系IV族材料から構成される半導体超微粒子を可視発光等が可能となる光電子材料として用いるためには、粒径がnm(ナノメートル)レベルで制御された球状超微粒子作製が不可欠である。さらに、nmレベルの超微粒子作製にはレーザーアブレーション法が好適である。

## [PRIOR ART]

In order to use as an optoelectronic material to which the semiconductor ultrafine particle which comprises Si-based IV group material is made as for visualization light-emission etc., spherical ultrafine-particle production by which the particle size was controlled by nm (nanometer) level is indispensable.

Furthermore, the laser ablation method is suitable for ultrafine-particle production of nm level.

【 0 0 0 3 】

[0003]

図5は例えば特開平9-275075号に記載された、従来の

FIG. 5 is an apparatus conceptual diagram for carrying out the production deposition of the

ターゲット材に対してレーザーアブレーション法を施すことにより、超微粒子を作製堆積するための装置概念図である。

ultrafine particle by giving the laser ablation method to the conventional target material indicated by Unexamined-Japanese-Patent No. 9-275075.

**【 0 0 0 4 】**

図5においてエキシマレーザー光源502からのレーザー光がスリット503、集光レンズ504、ミラー505、レーザー光導入窓506から構成された光学系を経由し、真空反応室501に導入され、真空反応室501の内部に設置されたターゲットホルダー507に配置されたターゲット材508の表面に集光照射される。

**[0004]**

In FIG. 5, the laser light from an excimer laser 502 goes the optical system which consisted of slit 503, condenser 504, mirror 505, and a laser optical introduction aperture 506, it introduces into the vacuum reaction chamber 501, condensing irradiation is carried out on the surface of the target material 508 arranged at the target holder 507 installed in the core of the vacuum reaction chamber 501.

**【 0 0 0 5 】**

さらに、ターゲット材508表面の放線方向に堆積基板509が配置されている。ターゲット材508からのレーザーアブレーションによる脱離・射出物質は堆積基板509上に捕集・堆積される。

**[0005]**

Furthermore, the deposition substrate 509 is arranged in the direction of the radiation of the target material 508 surface.

The collection \* deposition of the detachment \* emission substance by the laser ablation from the target material 508 is done on the deposition substrate 509.

**【 0 0 0 6 】**

上記のように構成された装置において、Siをターゲット材とした場合の半導体超微粒子の作製について考える。

**[0006]**

In the apparatus comprised as mentioned above, production of the semiconductor ultrafine particle at the time of making Si into a target material is considered.

**【 0 0 0 7 】**

まず、真空反応室501を、ターボ分子ポンプを主体とした高

**[0007]**

First, after exhausting the vacuum reaction chamber 501 for a turbo-molecular pump to a

真空排気系 512 により、 $1 \times 10^{-8}$  Torr ultra-high vacuum by HV exhaust-gas -based 512 made into the agent, 排気後、高真空排気系 512 を HV exhaust-gas -based 512 is closed. 閉鎖する。

**【0008】**

次に、希ガス導入ライン 510 を通じてヘリウムガス (He) を真空反応室 501 内に導入し、マスフローコントローラ 511 による流量制御とドライロータリーポンプを主体とした差動排気系 513 による差動排気により、一定圧力 (1.0 ~ 20.0 Torr) の低圧希ガス (He) 雰囲気中に真空反応室 501 を保持する。保持された数 Torr の He ガス雰囲気中で、ターゲット材表面に高エネルギー密度 (例えば  $1.0 \text{ J/cm}^2$  以上) のレーザー光を照射し、ターゲット材からの物質の脱離・射出を行う。

**[0008]**

Next, helium gas (He) is introduced in the vacuum reaction chamber 501 through the noble-gas introduction line 510, by the differential pumping by differential-pumping -based 513 which made the agent the flow control and the dry rotary pump by the mass-flow controller 511, the vacuum reaction chamber 501 is maintained in the low voltage noble-gas (He) atmosphere of a constant pressure (1.0 to 20.0 Torr).

In maintained several Torr He gas atmosphere, the laser light of high-energy density (more than  $1.0 \text{ J/cm}^2$  for example,) is irradiated to the target material surface, the detachment \* emission of the matter from a target material is performed.

**【0009】**

脱離物質は雰囲気ガス分子に運動エネルギーを散逸するため、空中での凝縮・成長が促され、堆積基板 509 上で粒径数 nm から数十 nm の超微粒子に成長して堆積される。

**[0009]**

Since the detachment matter dissipates a kinetic energy in an atmosphere-gas molecule, it promotes to the condensation \* growth in the air, on the deposition base plate 509, a particle size grows to be a several nm to several dozen nm ultrafine particle, and it deposits it.

**【0010】**

元来、IV 族半導体は間接遷移型なので、バンド間遷移においてはフォノンの介在が不可欠で

**[0010]**

Since IV group semiconductor is an indirect-transition type originally, an interposition of a phonon is indispensable

あり、必然的に再結合過程では熱の発生が多く、輻射再結合をする確率はきわめて少ないが、形状を粒径が数 nm レベルの超微粒子にすると、バンド間遷移における波数選択則の緩和、振動子強度の増大等の効果が生じることにより、電子-正孔対の輻射再結合過程の発生確率が増大し、強い発光を呈することが可能となる。

**【0011】**

ここで、発光波長（発光フォトンエネルギー）の制御には、図 6 に示した超微粒子粒径の減少に伴う量子閉じこめ効果による吸収端発光エネルギー（バンドギャップ  $E_g$  に対応）の増大を利用する。つまり、単一発光波長を得るためには超微粒子粒径の均一化が不可欠である。発光波長に対応した粒径の超微粒子を可能な限り粒径分布を抑制して生成・堆積できれば単色発光する光電子材料を得ることが可能となる。

**【0012】**

transient between bands.

There are very few probabilities which there are many productions of heat and carry out radiation recombination in a recombination process inevitably.

However, if a particle size makes a shape the ultrafine particle of several nm level, when effects, such as relief of the wave-number selection rule which can be set transient between bands, and increase of oscillator strength, arise, the occurrence probability of the radiation recombination process of an electronic-positive-hole pair will increase, strong light-emission can be presented.

**[0011]**

Here, increase of the absorption-edge light-emission energy (it corresponded to the band gap  $E_g$ ) by the quantum confined effect accompanied to a reduction of the ultrafine-particle particle size shown in FIG. 6 is utilized for the control of the light-emission wavelength (the light-emission photon energy). In other words, in order to obtain a single light-emission wavelength, homogenization of a ultrafine-particle particle size is indispensable. If particle size distribution is suppressed as much as possible and the ultrafine particle of the particle size corresponding to the light-emission wavelength is made generation \* deposition, a light-emitting monochromatic optoelectronic material can be obtained.

**[0012]**

【発明が解決しようとする課題】

上記従来の技術で述べたように光電子材料としての半導体超微粒子を用いて単一波長の発光を行うためには、粒径分布の抑制された単一粒径の数nmレベルの超微粒子の生成・堆積が要求されている。

【0013】

従来の技術では雰囲気希ガスの圧力、ターゲット材と堆積基板の距離等を適切に選んでやることによって、平均粒径を制御することは可能であるが、依然として粒径の分布は存在するために、例えば幾何標準偏差 $\sigma_g$ が1.2以下であるような、均一な粒径の半導体超微粒子を得ることは困難である。つまり、より積極的な粒径制御が必要とされている。また、nmレベルの超微粒子はその高い表面原子割合（例えば粒径5nmで約40%）のために非常に不純物や欠陥の混入に敏感である。

【0014】

つまり、生成堆積手法としてより清浄でダメージの少ないプロセスが求められている。

【0015】

本発明は上記従来の課題を解決するためになされたもので、単

**[PROBLEM to be solved by the Invention]**

As the above-mentioned PRIOR ART described, in order to light-emit a single wavelength using the semiconductor ultrafine particle as an optoelectronic material, generation \* deposition of the ultrafine particle of several nm level of the single particle size by which particle size distribution was suppressed is required.

**[0013]**

Although a mean diameter is controllable by the PRIOR ART by choosing appropriately the pressure of an atmosphere noble gas, the distance of a target material and the deposition base plate, etc., it is still difficult to obtain the semiconductor ultrafine particle of the uniform particle size whose geometric standard deviation ( $\sigma_g$ ) is 1.2 or less, since the distribution of a particle size exists.

The in other words more positive particle-size control is needed.

Moreover, the ultrafine particle of nm level is very sensitive to mixing of an impurity or a defect because of the high surface atom ratio (it is about 40 % at the particle size of 5 nm).

**[0014]**

In other words, as the generation deposition approach, it is more pure and the process with less a damage is searched for.

**[0015]**

It was made in order that this invention might solve the above-mentioned conventional



一粒径・均一構造を有する nm レベルの高純度超微粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製し、堆積基板上に堆積する超微粒子生成堆積装置を提供することを目的とする。

subject, it aims at providing the ultrafine-particle generation deposition apparatus which produces efficiently the high-purity ultrafine particle of nm level which has single particle-size \* uniform structure in the state where the contamination \* damage was lightened, and is deposited on the deposition base plate.

【 0 0 1 6 】

[0016]

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために本発明の超微粒子の生成堆積装置は、レーザーアブレーションによる超微粒子の生成、微分型電気移動度分級装置による超微粒子の粒径制御、さらに堆積基板への超微粒子の堆積を連続的な一括のプロセスで行うように構成したものである。

**[MEANS to solve the Problem]**

In order to solve the above-mentioned subject, the generation deposition apparatus of the ultrafine particle of this invention, it constituted so that generation of the ultrafine particle by the laser ablation, the particle-size control of the ultrafine particle by the differentiated type electrical-mobility classifier, and deposition of the ultrafine particle to the deposition base plate might be performed in the process of a continuous package.

【 0 0 1 7 】

かかる構成により、単一粒径・均一構造の高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積基板上に堆積することができ、さらに、汚染・ダメージを軽減することができる。

[0017]

By this composition, the high-purity ultrafine particle of single particle-size \* uniform structure can be produced efficiently, it can deposit on the deposition base plate, and a contamination \* damage can further be lightened.

【 0 0 1 8 】

[0018]

【発明の実施の形態】

**[EMBODIMENT of the Invention]**

本発明の請求項 1 に記載の発明は、低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光で励起し、アブレーション反応によってターゲット材の脱離・射出を行い、脱離・射出された物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、生成された超微粒子をアブレーション反応によって生じたアブレーションプルームの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部、収集された超微粒子を荷電し微分型電気移動度分級装置を用いて分級する超微粒子分級部、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行うことを特徴とする超微粒子生成堆積装置であり、単一粒径・均一構造の高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積基板上に堆積するという作用を有する。

**【 0 0 1 9 】**

本発明の請求項 2 に記載の発明は、請求項 1 記載の超微粒子生

Invention of Claim 1 of this invention, a target material is excited with a laser light by low voltage noble-gas atmosphere, according to ablation reaction, the detachment \* emission of a target material is performed, the substance which it detached \* emitted is condensed \* grown up in the air, and a ultrafine particle is generated, it collects with the ultrafine-particle collection pipe arranged in the growth direction of the ablation plume which produced the generated ultrafine particle according to ablation reaction.

The above-mentioned ultrafine-particle generation section, the ultrafine-particle classification section which the collected ultrafine particle is electrically charged and is classified using a differentiated type electrical-mobility classifier, the ultrafine-particle deposition section which deposits the classified ultrafine particle through the nozzle for ultrafine-particle deposition on the deposition substrate, from the generation of a ultrafine particle which comprises these to deposition is performed in the process of a continuous package.

It is the ultrafine-particle generation deposition apparatus characterized by the above-mentioned.

The high-purity ultrafine particle of single particle-size \* uniform structure is produced efficiently, and it has an effect of depositing on the deposition substrate.

**[0019]**

Invention of Claim 2 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition

成堆積装置において、超微粒子生成部、分級部、堆積部を超高真空中に排気した後、高純度の低圧希ガス雰囲気下で超微粒子の生成・分級・堆積を行うことを特徴とするものであり、生成堆積される超微粒子の汚染を軽減し高純度化を促進するという作用を有する。

**【 0 0 2 0 】**

本発明の請求項 3 に記載の発明は、請求項 1 または 2 に記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子生成部に設けた圧力計により超微粒子堆積部に接続された排気ポンプの排気速度をフィードバック制御することを特徴とするものであり、超微粒子分級部における超微粒子の分級精度を向上するという作用を有する。

**【 0 0 2 1 】**

本発明の請求項 4 に記載の発明は、請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子収集パイプの位置をターゲット材に対して 3 軸方向に移動可能とする超微粒子収集パイプ移動機構を有することを特徴とするものであ

apparatus of Claim 1, after exhausting the ultrafine-particle generation section, the classification section, and the deposition section to a ultra-high vacuum, generation \* classification \* deposition of a ultrafine particle is performed in the low voltage noble-gas atmosphere of a high purity.

It is characterized by the above-mentioned.

It has an effect of lightening the contamination of a ultrafine particle by which generation deposition is carried out, and promoting a high purification.

**[0020]**

Invention of Claim 3 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition apparatus of Claim 1 or 2, with the pressure indicator formed in the ultrafine-particle generation section, the exhaust speed of the exhaust-gas pump connected to the ultrafine-particle deposition section is feedback controlled.

It is characterized by the above-mentioned.

It has an effect of improving the sharpness of classification of the ultrafine particle in the ultrafine-particle classification section.

**[0021]**

Invention of Claim 4 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of claims 1 - 3, it has the ultrafine-particle collection pipe moving mechanism which makes the position of a ultrafine-particle collection pipe movable to a target material at 3 axial direction.

It is characterized by the above-mentioned.

り、ターゲット材からの脱離・射出物質の空中での凝集・成長による超微粒子生成時の重要なパラメータであるターゲット材に対する超微粒子収集パイプの位置・距離を制御し効率的な超微粒子を生成することができるという作用を有する。

It has an effect that the position \* distance of the ultrafine-particle collection pipe with respect to the target material which is an important parameter at the time of the ultrafine-particle generation by the aggregation \* growth in the air of the detachment \* emission substance from a target material can be controlled, and an efficient ultrafine particle can be generated.

**【 0 0 2 2 】**

本発明の請求項 5 に記載の発明は、請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子収集パイプを形状・構造が異なるパイプと容易に交換可能となる超微粒子収集パイプ着脱機構を有することを特徴とするものであり、生成された超微粒子の収集において、超微粒子収集パイプの形状・構造が及ぼす効果を容易に判別し、最適化を行うことで、超微粒子を効率的に収集することができるという作用を有する。

**[0022]**

Invention of Claim 5 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of claims 1 - 4, it has the ultrafine-particle collection pipe attachment or detachment mechanism in which a ultrafine-particle collection pipe is easily exchangeable for the pipe with which shape \* structure differs.

It is characterized by the above-mentioned.

In collection of the generated ultrafine particle, it has an effect that a ultrafine particle is efficiently collectable by optimizing by distinguishing easily the effect which the shape \* structure of a ultrafine-particle collection pipe does.

**【 0 0 2 3 】**

本発明の請求項 6 に記載の発明は、請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子分級部において超微粒子の荷電に放射性同位体を用いるものであり、小容積で超微粒子の荷電を行い装置全体を小型化することができるという作用を有する。

**[0023]**

Invention of Claim 6 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of claims 1 - 5, a radioisotope is used for the charge of a ultrafine particle in the ultrafine-particle classification section.

It has an effect that the charge of a ultrafine particle can be performed to the small volume, and the whole apparatus can be reduced in

size.

**【 0 0 2 4 】**

本発明の請求項 7 に記載の発明は、請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子分級部において超微粒子の荷電に紫外光ランプを用いるものであり、効率的に超微粒子を荷電することができるという作用を有する。

**[0024]**

Invention of Claim 7 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of claims 1 - 5, a ultra-violet-ray lamp is used for the charge of a ultrafine particle in the ultrafine-particle classification section.

It has an effect that a ultrafine particle can be electrically charged efficiently.

**【 0 0 2 5 】**

本発明の請求項 8 に記載の発明は、請求項 1 乃至 7 のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子堆積用ノズルと積基板間の距離を可変する移動機構を設けたものであり、堆積用ノズル・堆積基板双方の交換を容易にし、さらに堆積用ノズルと堆積基板双方の形状・距離を可変とすることで、超微粒子の堆積条件を最適化することができるという作用を有する。

**[0025]**

Invention of Claim 8 of this invention, in the ultrafine-particle generation deposition apparatus in any one of claims 1 - 7, the moving mechanism which varies the distance between the nozzle for ultrafine-particle deposition and a product substrate was prepared.

It has an effect that the deposition conditions of a ultrafine particle can be optimized by making easy exchange of both nozzle \* deposition substrate for deposition, and further making variable shape \* distance of both the nozzle for deposition, and the deposition substrate.

**【 0 0 2 6 】**

本発明の請求項 9 のように超微粒子堆積基板を冷却あるいは、請求項 10 のように超微粒子堆積基板を帯電することにより、超微粒子の堆積基板への付着を促進することができる。

**[0026]**

Adhesion in the deposition substrate of a ultrafine particle can be promoted by cooling a ultrafine-particle deposition substrate like Claim 9 of this invention, or charging a ultrafine-particle deposition substrate like Claim 10.

**【 0 0 2 7 】****[0027]**

(実施の形態) 以下、本発明の実施の形態について、図 1 から図 4 を用いて説明する詳細に説明する。図 1 は本実施の形態における超微粒子生成堆積装置の全体構成を示す図である。この図に示された超微粒子生成堆積装置は、超微粒子を生成する超微粒子生成部 101 と、超微粒子生成部 101 に接続されこの超微粒子生成部 101 において生成された超微粒子を分級する超微粒子分級部 102 と、超微粒子分級部 102 において分級された超微粒子を堆積する超微粒子堆積部 103 とから構成されている。

(Embodiment)

Hereafter, it demonstrates to the detail demonstrated about Embodiment of this invention using FIGS. 1-4.

FIG. 1 is a figure which shows the whole ultrafine-particle generation deposition apparatus composition in this Embodiment.

The ultrafine-particle generation deposition apparatus shown by this figure comprises the ultrafine-particle generation section 101 which generates a ultrafine particle, the ultrafine-particle classification section 102 which classifies the ultrafine particle which was connected to the ultrafine-particle generation section 101, and was generated in this ultrafine-particle generation section 101, and the ultrafine-particle deposition section 103 which deposits the ultrafine particle classified in the ultrafine-particle classification section 102.

#### 【0028】

ここで、超微粒子生成部 101 の基本的な構成は、超微粒子生成を行う真空反応室 104、真空反応室 104 に雰囲気希ガス（キャリアガス 105）を一定質量流量  $Q_a$ （例えば 1 l/min.）で導入するためのマスフローコントローラ 106、雰囲気希ガス圧力を計測する圧力計 107 から成る。

#### [0028]

Here, the fundamental composition of the ultrafine-particle generation section 101 consists of the vacuum reaction chamber 104 which generates a ultrafine particle, the mass-flow controller 106 for introducing an atmosphere noble gas (carrier gas 105) into the vacuum reaction chamber 104 with the fixed mass flow rate  $Q_a$  (for example, 1 l/min.), and the pressure indicator 107 which measures an atmosphere noble-gas pressure.

#### 【0029】

また、超微粒子分級部 102 の基本的な構成は、質量流量  $Q_a$  で搬送される、超微粒子生成部

#### [0029]

Moreover, fundamental composition of the ultrafine-particle classification section 102, consists of

101で生成された超微粒子を、例えばAm241のような放射性同位体を用いて荷電する荷電室110、超微粒子を上記のように荷電された状態で分級する微分型電気移動度分級装置113、微分型電気移動度分級装置113内で一定質量流量Qc（例えば5l/min.）の流れを形成するためのシースガス111を微分型電気移動度分級装置113に導入するマスフローコントローラ112から成る。ここで、超微粒子の荷電は、エキシマランプのような紫外光ランプを用いても良いし、放射性同位体と紫外光ランプの双方を同時に用いても一向に構わない。

The charge chamber 110 which is conveyed with a mass flow rate Qa and which electrically charges the ultrafine particle generated in the ultrafine-particle generation section 101 using a radioisotope like Am241, the differentiated type electrical-mobility classifier 113 which classifies a ultrafine particle where a charge is carried out as mentioned above, the mass-flow controller 112 which introduces the sheath gas 111 for forming the flow of the fixed mass flow rate Qc (for example, 5l/min.) within the differentiated type electrical-mobility classifier 113 into the differentiated type electrical-mobility classifier 113.

Here, a ultra-violet-ray lamp like an excimer lamp may be used for the charge of a ultrafine particle, it does not matter at all even if it uses simultaneously the both sides of a radioisotope and a ultra-violet-ray lamp.

#### 【0030】

さらに、超微粒子堆積部103の基本的な構成は、微分型電気移動度分級装置113から排気されたシースガスの流量を計測するマスフローメータ115、シースガスの排気速度を制御するコンダクタンス可変バルブ116、堆積基板上に分級された超微粒子の堆積を行う超微粒子堆積室117、堆積室から排気されたキャリアガスの流量を計測するマスフローメータ118、キャリアガスの排気速度を制御するコンダクタンス可変バ

#### [0030]

Furthermore, fundamental composition of the ultrafine-particle deposition section 103, consists of

Mass-flow meter 115 which measures the rate of flow of the sheath gas exhausted from the differentiated type electrical-mobility classifier 113, the conductance variable valve 116 which controls the exhaust speed of sheath gas, the ultrafine-particle deposition chamber 117 which deposits the ultrafine particle classified on the deposition substrate, mass-flow meter 118 which measures the rate of flow of the carrier gas exhausted from the deposition chamber, the conductance variable valve 119 which

ルブ 1 1 9、キャリアガスおよびシースガスの排気を行うルーツポンプ 1 2 0、ルーツポンプに直列に配置されたドライポンプ 1 2 1 から成る。

controls the exhaust speed of carrier gas, roots vacuum pump 120 which performs exhaust gas of carrier gas and sheath gas, the dry pump 121 arranged serially to a Roots vacuum pump.

#### 【 0 0 3 1 】

次に、図 1 から図 4 を用いて、超微粒子の生成・収集・分級・堆積に関して説明する。図 1 のターボ分子ポンプを主体とした超高真空排気系 1 0 9 によって真空反応室 1 0 4 を  $< 1 \times 10^{-8} \text{ Torr}$  の超高真空に排気後、超高真空排気系 1 0 9 を閉鎖する。

#### [0031]

Next, generation \* collection \* classification \* deposition of a ultrafine particle is demonstrated using FIGS. 1-4.

After exhausting the vacuum reaction chamber 104 to  $< 1 \times 10^{-8} \text{ Torr}$  ultra-high vacuum by ultra-high-vacuum exhaust-gas -based 109 which made the turbo-molecular pump of FIG. 1 the agent, ultra-high-vacuum exhaust-gas -based 109 is closed.

#### 【 0 0 3 2 】

同時に、超微粒子生成部 1 0 1 と超微粒子分級部 1 0 2 の間、微分型電気移動度分級装置 1 1 3 とマスフローメータ 1 1 5 の間、および超微粒子堆積室 1 1 7 とマスフローメータ 1 1 8 の間を閉鎖した状態でターボ分子ポンプを主体とする超高真空排気系 1 1 4 によって荷電室 1 1 0、微分型電気移動度分級装置 1 1 3、超微粒子堆積室 1 1 7 を  $< 1 \times 10^{-7} \text{ Torr}$  の超高真空まで排気後、超高真空排気系 1 1 4 を閉鎖する。

#### [0032]

Simultaneously, where between the ultrafine-particle generation section 101 and the ultrafine-particle classification sections 102, between the differentiated type electrical-mobility classifier 113 and the mass-flow meter 115, and between the ultrafine-particle deposition chamber 117 and the mass-flow meter 118 are closed, after exhausting the charge chamber 110, the differentiated type electrical-mobility classifier 113, and the ultrafine-particle deposition chamber 117 to  $< 1 \times 10^{-7} \text{ Torr}$  ultra-high vacuum by ultra-high-vacuum exhaust-gas -based 114 having, as main constituent, a turbo-molecular pump, ultra-high-vacuum exhaust-gas -based 114 is closed.

#### 【 0 0 3 3 】

#### [0033]



次にマスフローコントローラ 106 を用いて真空反応室 104 に質量流量  $Q_a$  でキャリアガス（高純度希ガス、例えば 6 N の He）を導入する。ここで、超微粒子生成部 101 と超微粒子分級部 102 の間を開放する。

Next, carrier gas (a high-purity noble gas, for example, 6-N He) is introduced into the vacuum reaction chamber 104 with a mass flow rate  $Q_a$  using the mass-flow controller 106.

Here, between the ultrafine-particle generation section 101 and the ultrafine-particle classification sections 102 is opened.

**【0034】**

さらに、微分型電気移動度分級装置 113 とマスフローメータ 115 の間、超微粒子堆積室 117 とマスフローメータ 118 の間も開放する。このときコンダクタンス可変バルブ 116 および 119 は全開放状態であり、ルーツポンプ 120 およびドライポンプ 121 は稼働状態である。

**[0034]**

Furthermore, between the differentiated type electrical-mobility classifier 113 and the mass-flow meter 115, also between ultrafine-particle deposition chamber 117 and the mass-flow meter 118, it opens.

At this time, the conductance variable valves 116 and 119 are in all open states.

Roots vacuum pump 120 and the dry pump 121 are operating state.

**【0035】**

次にマスフローコントローラ 112 を用いて微分型電気移動度分級装置 113 に質量流量  $Q_c$  でシースガス（高純度希ガス、例えば 6 N の He）を導入する。そして、真空反応室 104 に配置された圧力計 107 を用いてコンダクタンス可変バルブ 119 をフィードバック制御しつつ、コンダクタンス可変バルブ 116 でバランスを取ることにによって、真空反応室の雰囲気希ガス圧力を一定に保ちつつ、マスフローメータ 118 の計測値が  $Q_a$  に、マスフローメータ 1

**[0035]**

Next, sheath gas (a high-purity noble gas, for example, 6-N He) is introduced into the differentiated type electrical-mobility classifier 113 with a mass flow rate  $Q_c$  using the mass-flow controller 112.

And balance is maintained by the conductance variable valve 116, feedback controlling the conductance variable valve 119 using the pressure indicator 107 arranged in the vacuum reaction chamber 104.

Keeping constant the atmosphere noble-gas pressure of a vacuum reaction chamber, the conductance of an exhaust-gas line is controlled by it so that the measured value of the mass-flow meter 118 is set to  $Q_a$  and the

15の計測値が $Q_c$ となるように、排気ラインのコンダクタンスを制御する。 measured value of the mass-flow meter 115 is set to  $Q_c$ .

**【0036】**

上記のような手順で、超微粒子が生成・収集・分級・堆積される真空反応室104、荷電室110、微分型電気移動度分級装置113、超微粒子堆積室117を超高真空に排気後、高純度の希ガスを導入することで超微粒子に対する酸素等の汚染を軽減することができる。

**[0036]**

A contamination of the oxygen with respect to a ultrafine particle etc. can be lightened by introducing the noble gas of a high purity in the above procedures, after exhausting the vacuum reaction chamber 104 which generation \* collection \* classification \* Deposits a ultrafine particle, the charge chamber 110, the differentiated type electrical-mobility classifier 113, and the ultrafine-particle deposition chamber 117 to a ultra-high vacuum.

**【0037】**

また、真空反応室104における雰囲気希ガス圧力を一定に保ちつつ、キャリアガス・シースガスの流量を一定に保つことにより、安定した超微粒子生成条件を保持することが可能となり、ひいては超微粒子の分級精度を向上することができる。

**[0037]**

Moreover, the rate of flow of carrier gas \* sheath gas is kept constant, keeping constant the atmosphere noble-gas pressure in the vacuum reaction chamber 104.

Thereby, it becomes possible to maintain the stable ultrafine-particle generation conditions, as a result, the sharpness of classification of a ultrafine particle can be improved.

**【0038】**

超微粒子が生成される真空反応室104の内部構成は図2に示すように、自転機構を有するターゲットホルダー23、ターゲットホルダー23上に配置されたターゲット材22、レーザー光21によって励起されたアブレーションルーム25の成長方向（ターゲット材22

**[0038]**

As shown in FIG. 2, the internal composition of the vacuum reaction chamber 104 where a ultrafine particle is generated, consists of

The target holder 23 which has an autorotation mechanism, the target material 22 arranged on the target holder 23, the ultrafine-particle collection pipe 24 which can transfer to 3 axial direction of xyz arranged in the growth direction (the direction of the radiation of the target

の放線方向)に配置されたx y zの3軸方向に移動可能な超微粒子収集パイプ24、超微粒子収集パイプ24の着脱・交換を行うための超微粒子収集パイプ着脱機構27から成る。

**【0039】**

レーザー光21によって励起され、アブレーション反応によってターゲット材22から脱離・射出された物質は雰囲気希ガス分子に運動エネルギーを散逸するため、空中での凝縮・成長が促され、数nmから数十nmの超微粒子に成長する。ここで、成長する超微粒子の粒径、生成された超微粒子同士の凝集現象はレーザー光21の照射位置に対する3次元的な場所依存性を持つ。つまり、超微粒子収集パイプ24を図2のx y zの3軸方向に可動とすることで、レーザー光21の照射位置に対して3次元的に最適な位置に超微粒子収集パイプ24を配置することで、狙った粒径に成長した超微粒子を、超微粒子同士の凝集を抑制しつつ効率的に収集することが可能となる。

**【0040】**

さらに、超微粒子収集パイプ24を着脱可能とする超微粒子収集パイプ着脱機構27を設けることで、形状・構造の異なる超

material 22) of the ablation plume 25 excited by the laser light 21, the ultrafine-particle collection pipe attachment or detachment mechanism 27 for performing attachment or detachment \* exchange of the ultrafine-particle collection pipe 24.

**[0039]**

Since the substance which was excited by the laser light 21, and ablation reaction detached \* emitted from the target material 22 dissipates a kinetic energy in an atmosphere noble-gas molecule, it is promoted to the condensation \* growth in the air, and grows to be a dozens of nm ultrafine particle from several nm.

Here, the particle size of the ultrafine particle which grows, and the aggregation phenomenon of the generated ultrafine particles have a 3 dimensions place dependence with respect to the irradiation position of the laser light 21.

The ultrafine particle which grew to be the particle size aimed at is efficiently collectable by in other words arranging the ultrafine-particle collection pipe 24 in the three-dimensionally optimal position to the irradiation position of a laser beam 21 by making the ultrafine-particle collection pipe 24 movable to 3 axial direction of xyz of FIG. 2, suppressing aggregation of ultrafine particles.

**[0040]**

Furthermore, the ultrafine-particle collection pipe (for example, a taper shape is given to a pipe) with which shape \* structure differs by establishing the ultrafine-particle collection pipe

微粒子収集パイプ（例えばパイプにテーパ形状を持たせる）は容易に着脱・交換可能であり、超微粒子収集パイプ 24 の形状・構造の最適化を行うことが可能となり、超微粒子収集の効率化を図ることができる。加えて、真空反応室内の雰囲気希ガス圧力を上記のような手順で制御することにより、超微粒子の生成における雰囲気希ガス圧力依存性を制御することもできる。

**【0041】**

超微粒子収集パイプ 24 で収集された超微粒子は、質量流量  $Q_a$  で荷電室 110 に搬送され、放射性同位体あるいは、紫外線ランプの少なくとも一方によって荷電される。ここで、放射性同位体のみを超微粒子の荷電に用いれば、荷電室の容積を小さくすることができ、ひいては装置全体の小型化が可能となる。また、紫外線ランプ、あるいは紫外線ランプと放射性同位体双方を超微粒子の荷電に用いれば、より効率的に超微粒子を荷電することができ、超微粒子の収量を向上することができる。

**【0042】**

荷電室 110 で荷電された超微粒子は図 3 に示すような微分型

attachment or detachment mechanism 27 which makes the ultrafine-particle collection pipe 24 detachable can be attach or detached \* exchanged easily, and it becomes possible to optimize the shape \* structure of the ultrafine-particle collection pipe 24, the increase in efficiency of ultrafine-particle collection can be attained.

In addition, the atmosphere noble-gas pressure dependence in generation of a ultrafine particle is also controllable by controlling the atmosphere noble-gas pressure in a vacuum reaction chamber by the above procedures.

**[0041]**

The ultrafine particle collected in the ultrafine-particle collection pipe 24 is conveyed by the charge chamber 110 with a mass flow rate  $Q_a$ , therefore, a charge is carried out to at least one of a radioisotope or a ultraviolet ray lamp.

Here, if only a radioisotope is used for the charge of a ultrafine particle, the volume of a charge chamber can be made small, as a result reduction in size of the whole apparatus can be performed.

Moreover, if a ultraviolet ray lamp, or the both sides of a ultraviolet ray lamp and a radioisotope are used for the charge of a ultrafine particle, a ultrafine particle can be electrically charged more efficiently and the yield of a ultrafine particle can be improved.

**[0042]**

The ultrafine particle by which the charge was carried out by the charge chamber 110 is

電気移動度分級装置に搬送される。質量流量 $Q_a$ で搬送された荷電超微粒子は、キャリアガス導入口304から導入され、キャリアガスの流れを等方的に均一化するキャリアガスバッファ305を介して、 $R_1$ 、 $R_2$ の半径を持つ二重円筒構造部にキャリアガス吹き出し口306から流れ込む。

**【0043】**

また、シースガス導入口301からシースガスバッファ302に導入された質量流量 $Q_c$ を有するシースガスは、シースガスバッファ302およびフィルタ303を通過することにより、層流となって二重円筒構造部に流れ込む。二重円筒構造部に流入した荷電超微粒子は、図3のように直流電源309によって二重円筒間に印加された静電界によって、円筒の軸に向かって力を受ける。荷電超微粒子は粒径によってその電気移動度が異なるため、キャリアガス吹き出し口306とスリット307間の距離 $L$ および、直流電源309の電圧 $V$ と二重円筒の半径 $R_1$ 、 $R_2$ で決まる電界強度に従って、単一粒径のみの荷電超微粒子がスリット307に流入する。

**【0044】**

conveyed by the differentiated type electrical-mobility classifier as shown in FIG. 3. The charge ultrafine particle conveyed with the mass flow rate  $Q_a$  is introduced from the carrier gas inlet 304, it flows into the double cylindrical structure section with the radius of  $R_1$ ,  $R_2$  from the carrier gas supply opening 306 through the carrier gas buffer 305 which homogenizes the flow of carrier gas on an isotropic target.

**[0043]**

Moreover, sheath gas which has the mass flow rate  $Q_c$  introduced into the sheath gas buffer 302 from the sheath gas introduction port 301, by passing the sheath gas buffer 302 and filter 303, it becomes a laminar flow and flows into the double cylindrical structure section.

The charge ultrafine particle which flowed in the double cylindrical structure section receives power toward a cylindrical axis by the electrostatic field impressed by DC power 309 between double cylindrical like FIG. 3.

Since the electrical mobility changes with particle sizes, a charge ultrafine particle should follow the distance  $L$  between the carrier gas supply opening 306 and slit 307.

According to the electric field strength decided by the voltage  $V$  of DC power 309, and double cylindrical radius  $R_1$ ,  $R_2$ , the charge ultrafine particle of only a single particle size flows in to slit 307.

**[0044]**

このように、キャリアガス排気口 311 から搬出される荷電超微粒子は微分型電気移動度分級装置によって単一粒径に分級される。ここで、上記のような手段で導入されるキャリアガス・シースガスの質量流量と、排気されるキャリアガス・シースガスの質量流量がそれぞれ等しくなるように制御してやることにより、分級精度を理論上の値に近づけることができる。

Thus, the charge ultrafine particle taken out from the carrier gas exhaust port 311 is classified in a single particle size by the differentiated type electrical-mobility classifier. Here, a sharpness of classification can be brought close to a theoretical value by controlling so that the mass flow rate of the carrier gas \* sheath gas introduced by above means and the mass flow rate of carrier gas \* sheath gas exhausted become equal, respectively.

#### 【0045】

微分型電気移動度分級装置 113 で分級された荷電超微粒子は、図 4 に示すような超微粒子堆積室に搬送される。搬送された荷電超微粒子は堆積用ノズル 42 から堆積室 41 に噴出し、堆積基板ホルダー 44 上に配置された、堆積基板 43 上に堆積される。堆積基板 43 を図 4 の z 方向に移動可能とする堆積基板移動機構 48 を設けることで、堆積用ノズル 42 と堆積基板 43 の距離を可変とすることができ、堆積用ノズル 42 ・堆積基板 43 双方の交換を容易にし、形状を任意に変更することができる。堆積用ノズル 42 の形状を変更して、噴出する超微粒子の速度を変化させ、堆積用ノズル 42 と堆積基板 43 の距離を制御することにより、堆積基板 43 が堆積ノズル

#### [0045]

The charge ultrafine particle classified by the differentiated type electrical-mobility classifier 113 is conveyed by the ultrafine-particle deposition chamber as shown in FIG. 4.

The conveyed charge ultrafine particle is ejected in the deposition chamber 41 from nozzle 42 for deposition, it deposits on the deposition substrate 43 arranged on the deposition substrate holder 44.

In being able to make variable distance of nozzle 42 for deposition, and the deposition substrate 43 by forming the deposition substrate moving mechanism 48 which makes the deposition substrate 43 movable in the direction of z of FIG. 4, exchange of nozzle 42\* deposition substrate 43 both sides for deposition is made easy, a shape can be altered as desired.

The shape of nozzle 42 for deposition is altered and the speed of the ultrafine particle which ejects is changed.

By controlling the distance of nozzle 42 for

42から噴出する超微粒子を含んだ気流に対してカスケード・インパクトとして作用することを抑制することができる。逆に、堆積基板43をカスケード・インパクトとして作用させることも可能であり、堆積超微粒子粒径の更なる均一化を行うこともできる。

**【0046】**

また、堆積基板43は直流電源47で直流電圧を印加することにより帯電し、さらにペルチェ素子46によって冷却されている。つまり、堆積基板43を帯電・冷却することで、荷電超微粒子の堆積基板43への付着を促進し、捕集効率を向上させることができる。

**【0047】**

なお、ここでは堆積基板43を帯電し、かつ冷却したが、必ずしも帯電・冷却の双方を行う必要はない。

**【0048】**

上記のように、低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光で励起し、アブレーション反応によってターゲット材の脱離・射出を行い、脱離・射出された物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、生成さ

deposition, and the deposition substrate 43, it can suppress that the deposition substrate 43 acts as a cascade \* impactor to the air current containing the ultrafine particle which ejects from the deposition nozzle 42.

On the contrary, the deposition substrate 43 can also be made act as a cascade \* impactor, and the further homogenization of the deposition ultrafine-particle particle size can also be performed.

**[0046]**

Moreover, the deposition substrate 43 is charged by impressing a DC voltage by DC power 47, the peltier element 46 further cools. In other words, adhesion in the deposition substrate 43 of a charge ultrafine particle is promoted by electrically charging \* cooling the deposition substrate 43, a collection efficiency can be improved.

**[0047]**

In addition, the deposition substrate 43 was charged here and it cooled. However, it is not necessary to perform the both sides of electrical charging \* cooling.

**[0048]**

As mentioned above, a target material is excited with a laser light by low voltage noble-gas atmosphere, according to ablation reaction, the detachment \* emission of a target material is performed, the substance which it detached \* emitted is condensed \* grown up in the air, and a ultrafine particle is generated, it collects with

れた超微粒子をアブレーション反応によって生じたアブレーションプラズマの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部、収集された超微粒子を荷電し微分型電気移動度分級装置を用いて分級する超微粒子分級部、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行う超微粒子生成堆積装置を用いることで、単一粒径・均一構造の高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積基板上に堆積することができる。

the ultrafine-particle collection pipe arranged in the growth direction of the ablation plume which produced the generated ultrafine particle according to ablation reaction.

The above-mentioned ultrafine-particle generation section, the ultrafine-particle classification section which the collected ultrafine particle is electrically charged and is classified using a differentiated type electrical-mobility classifier, the ultrafine-particle deposition section which deposits the classified ultrafine particle through the nozzle for ultrafine-particle deposition on the deposition substrate, the ultrafine-particle generation deposition apparatus which comprises these and which performs from generation of a ultrafine particle to deposition in the process of a continuous package is used, the high-purity ultrafine particle of single particle-size \* uniform structure can be produced efficiently, and it can deposit on the deposition substrate.

【 0 0 4 9 】

[0049]

**【発明の効果】**

以上のように本発明によれば、単一粒径・均一構造となるように制御された高純度超微粒子の作製を容易にかつ効率的に行うことができ、生成された超微粒子を堆積基板上に確実に堆積することができる。

**[ADVANTAGE of the Invention]**

As mentioned above, according to this invention, the controlled high-purity ultrafine particle can be produced easily and efficiently so that it may become single particle-size \* uniform structure, and the generated ultrafine particle can be reliably deposited on the deposition substrate.

**【図面の簡単な説明】**

**[BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS]**



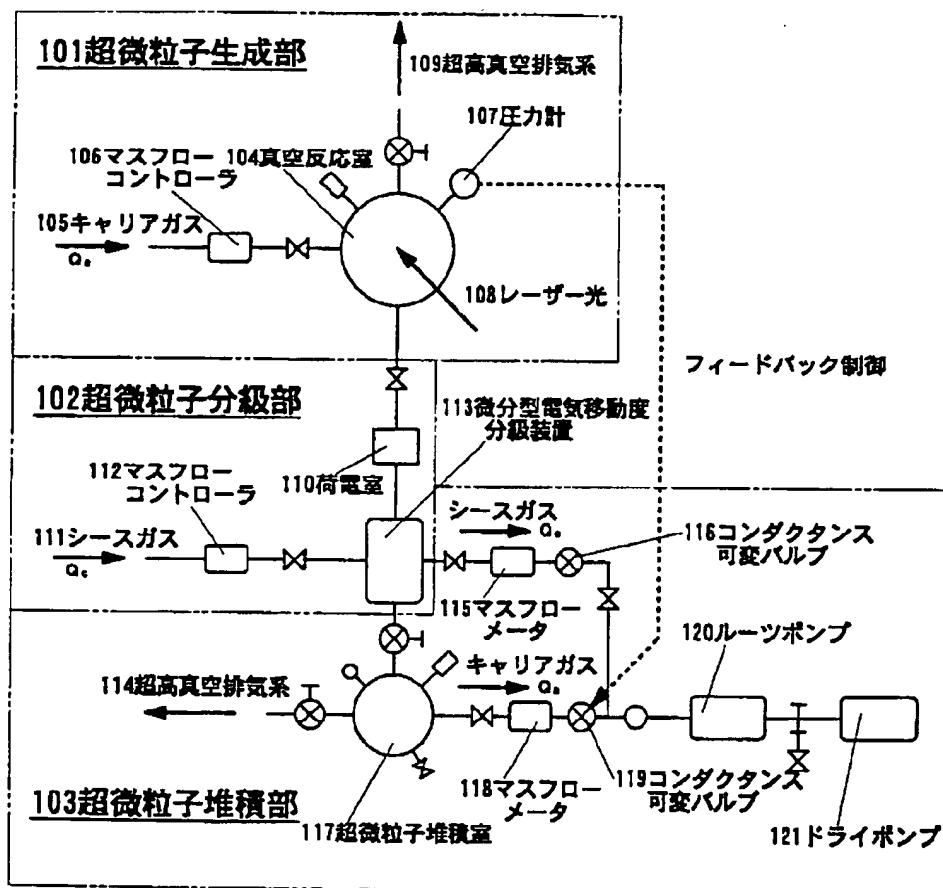
<p><b>【図 1】</b>          本発明の実施の形態における超微粒子生成堆積装置の全体構成図</p>	<p><b>[FIG. 1]</b>          The whole ultrafine-particle generation deposition apparatus block diagram in Embodiment of this invention</p>
<p><b>【図 2】</b>          本発明の実施の形態における超微粒子が生成される真空反応室の内部構成図</p>	<p><b>[FIG. 2]</b>          The internal block diagram of the vacuum reaction chamber where the ultrafine particle in Embodiment of this invention is generated</p>
<p><b>【図 3】</b>          本発明の実施の形態における微分型電気移動度分級装置の構成図</p>	<p><b>[FIG. 3]</b>          The block diagram of the differentiated type electrical-mobility classifier in Embodiment of this invention</p>
<p><b>【図 4】</b>          本発明の実施の形態における超微粒子堆積室の構成図</p>	<p><b>[FIG. 4]</b>          The block diagram of the ultrafine-particle deposition chamber in Embodiment of this invention</p>
<p><b>【図 5】</b>          従来の超微粒子を作製堆積するための装置概念図</p>	<p><b>[FIG. 5]</b>          The apparatus conceptual diagram for carrying out the production deposition of the conventional ultrafine particle</p>
<p><b>【図 6】</b>          超微粒子粒径とその吸収端発光エネルギーの相関図</p>	<p><b>[FIG. 6]</b>          The correlation diagram of a ultrafine-particle particle size and its absorption-edge light-emission energy</p>
<p><b>【符号の説明】</b>          1 0 1 超微粒子生成部          1 0 2 超微粒子分級部          1 0 3 超微粒子堆積部          1 0 4、5 0 1 真空反応室</p>	<p><b>[Description of Symbols]</b>          101 Ultrafine-particle generation section          102 Ultrafine-particle classification section          103 Ultrafine-particle deposition section          104, 501 Vacuum reaction chamber</p>

105、26	キャリアガス	105, 26	Carrier gas
106、112、511	マス フローコントローラ	106, 112, 511	Mass-flow controller
107	圧力計	107	Pressure indicator
108、21	レーザー光	108, 21	Laser light
109、114	超高真空排気 系	109, 114	Ultra-high-vacuum exhaust-gas -based
110	荷電室	110	Charge chamber
111	シースガス	111	Sheath gas
113	微分型電気移動度分級 装置	113	Differentiated type electrical-mobility classifier
115、118	マスフローメ ータ	115, 118	Mass-flow meter
116、119	コンダクタン ス可変バルブ	116, 119	Conductance variable valve
117	超微粒子堆積室	117	Ultrafine-particle deposition chamber
120	ルーツポンプ	120	Roots vacuum pump
121	ドライポンプ	121	Dry pump
22、508	ターゲット材	22, 508	Target material
23、507	ターゲットフォ ルダ	23, 507	Target holder
24	超微粒子収集パイプ	24	Ultrafine-particle collection pipe
25	アブレーションルーム	25	Ablation plume
27	超微粒子収集パイプ着脱 機構	27	Ultrafine-particle collection pipe attachment or detachment mechanism
301	シースガス導入口	301	Sheath gas introduction port
302	シースガスバッファ	302	Sheath gas buffer
303	フィルタ	303	Filter
304	キャリアガス導入口	304	Carrier gas inlet
305	キャリアガスバッファ	305	Carrier gas buffer
306	キャリアガス吹き出し 口	306	Carrier gas supply opening
307、503	スリット	307, 503	Slit
308	絶縁体	308	Connector insert
39、47	直流電源	39, 47	DC power
310	シースガス排気口	310	Sheath gas exhaust port
		311	Carrier gas exhaust port
		41	Deposition chamber
		42	Nozzle for deposition
		43, 509	Deposition substrate
		44	Deposition substrate holder

3 1 1	キャリアガス排気口	45	Carrier gas exhaust-gas -based
4 1	堆積室	46	Peltier element
4 2	堆積用ノズル	502	Excimer laser
4 3、5 0 9	堆積基板	504	Condenser
4 4	堆積基板フォルダー	505	Mirror
4 5	キャリアガス排気系	506	Optical introduction aperture
4 6	ペルチェ素子	510	Noble-gas introduction line
5 0 2	エキシマレーザ光源	512	HV exhaust-gas -based
5 0 4	集光レンズ	513	Differential-pumping -based
5 0 5	ミラー		
5 0 6	光導入窓		
5 1 0	希ガス導入ライン		
5 1 2	高真空排気系		
5 1 3	差動排気系		

【図 1】

[FIG. 1]

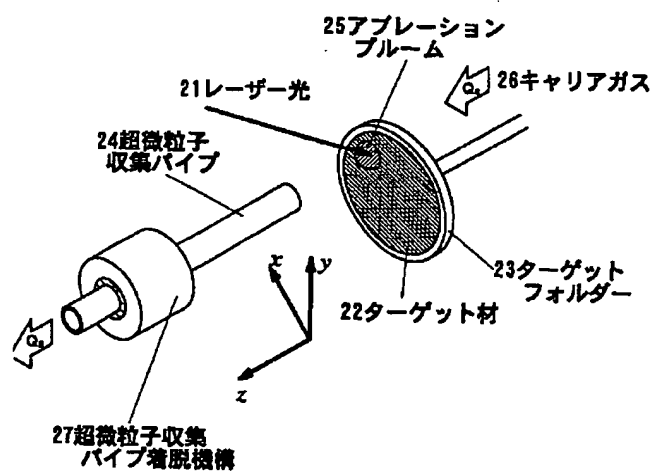


- 101: Ultrafine-particle generation section
- 102: Ultrafine-particle classification section
- 103: Ultrafine-particle deposition section
- 104: Vacuum reaction chamber
- 105: Carrier gas
- 106: Mass-flow controller
- 107: Pressure indicator
- 108: Laser light
- 109: Ultra-high-vacuum exhaust gas -based
- 110: Charge chamber
- 111: Sheath gas
- 112: Mass-flow controller
- 113: Differentiated type electrical-mobility classifier
- 114: Ultra-high-vacuum exhaust gas -based

115: Mass-flow meter  
 116: Conductance variable valve  
 117: Ultrafine-particle deposition chamber  
 118: Mass-flow meter  
 119: Conductance variable valve  
 120: Roots vacuum pump  
 121: Dry pump  
 From a thing top without a number;  
 Feedback control  
 Sheath gas  
 Carrier gas

【図 2】

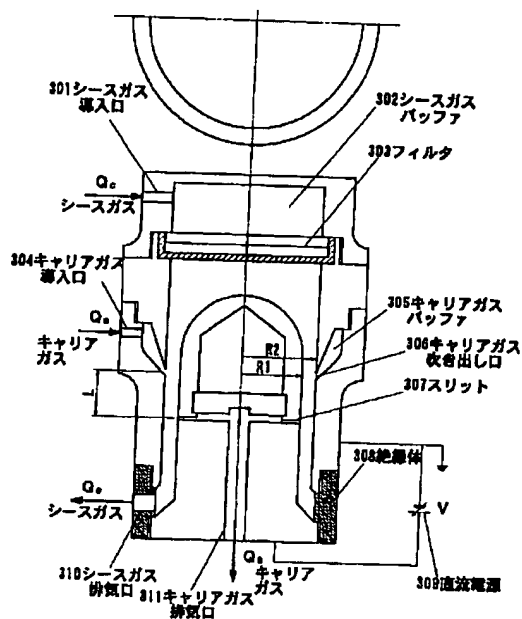
[FIG. 2]



21: Laser light  
 22: Target material  
 23: Target holder  
 24: Ultrafine-particle collection pipe  
 25: Ablation bloom  
 26: Carrier gas  
 27: Ultrafine-particle collection pipe attachment or detachment mechanism

【図 3】

[FIG. 3]



301: Sheath gas introduction port

302: Sheath gas buffer

303: Filter

Sheath gas

304: Carrier gas inlet

Carrier gas

305: Carrier gas buffer

306: Carrier gas supply opening

307: Slit

308: Connector insert

309: DC power

Sheath gas

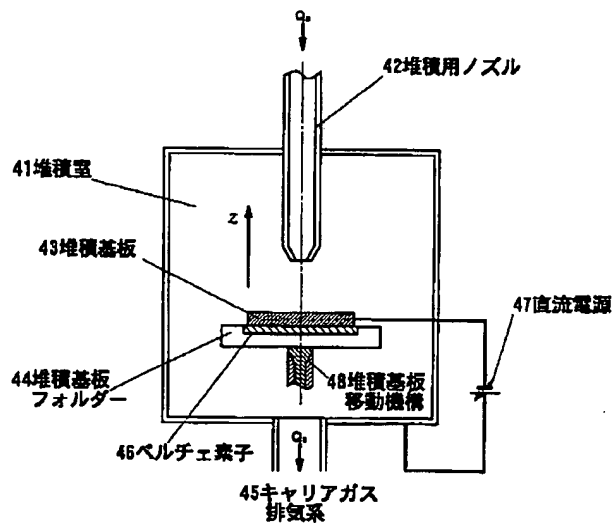
Carrier gas

310: Sheath gas exhaust port

311: Carrier gas exhaust port

【図 4】

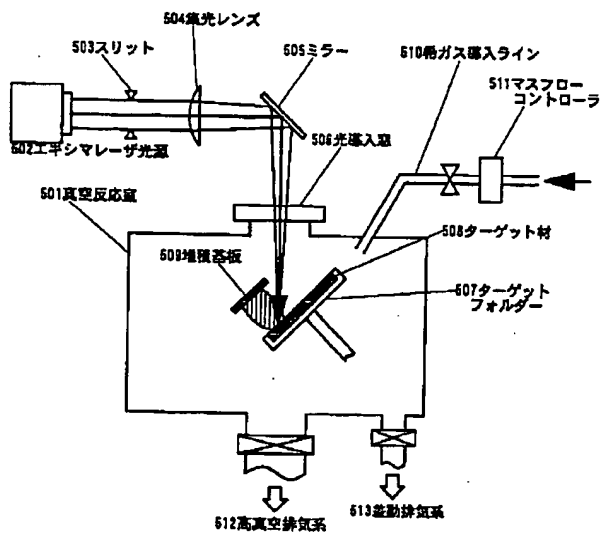
[FIG. 4]



- 41: Deposition chamber
- 42: The nozzle for deposition
- 43: Deposition substrate
- 44: Deposition substrate holder
- 45: Carrier gas exhaust gas -based
- 46: Peltier element
- 47: DC power
- 48: Deposition substrate moving mechanism

【図 5】

[FIG. 5]

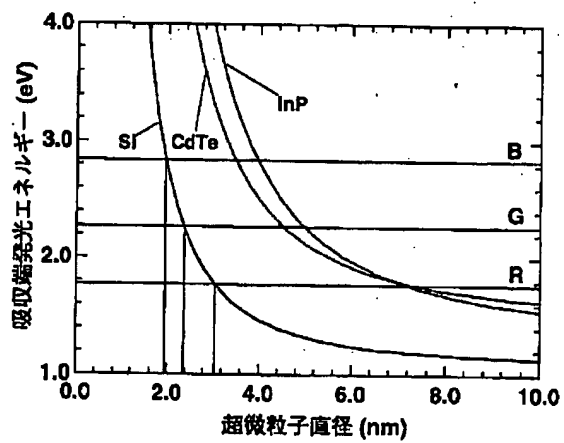


- 501: Vacuum reaction chamber
- 502: Excimer laser
- 503: Slit
- 504: Condenser
- 505: Mirror
- 506: Light-guide ON window
- 507: Target holder
- 508: Target material
- 509: Deposition substrate
- 510: Noble-gas introduction line
- 511: Mass-flow controller
- 512: HV exhaust gas -based
- 513: Differential-pumping -based

【図 6】

[FIG. 6]





Vertical axis: Absorption-edge light-emission energy (eV)

Horizontal axis: Ultrafine-particle diameter (nm)



## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-282222

(P2000-28222A)

(43) 公開日 平成12年10月10日 (2000.10.10)

(51) IntCl.<sup>7</sup>

C 2 3 C 14/28

識別記号

F I

C 2 3 C 14/28

テーマコード(参考)

4 K 0 2 9

審査請求 未請求 請求項の数10 OL (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-87865

(22) 出願日 平成11年3月30日 (1999.3.30)

(71) 出願人 390010021

松下技研株式会社

神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1号

(74) 上記1名の代理人 100082692

弁理士 森合 正博

(71) 出願人 000001144

工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(74) 上記1名の復代理人 100082692

弁理士 森合 正博 (外1名)

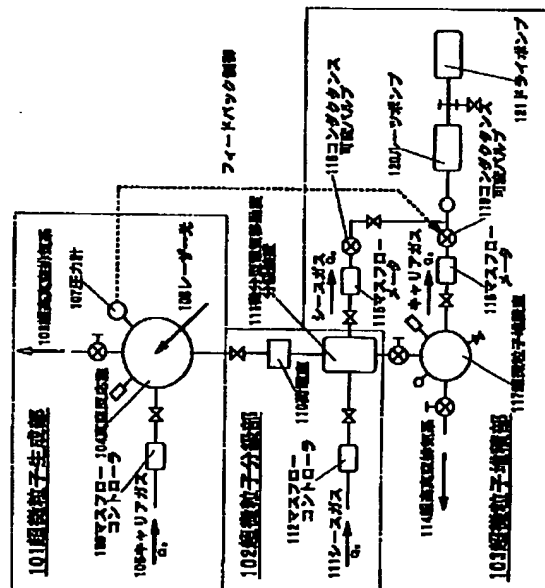
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超微粒子生成堆積装置

(57) 【要約】

【課題】 高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積を行い、併せて超微粒子に対する汚染・ダメージを軽減する超微粒子生成堆積装置を提供すること。

【解決手段】 低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光108で励起し、アブレーション反応によってターゲット材の脱離・射出を行い、脱離・射出物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、この超微粒子をアブレーションルームの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部101、収集された超微粒子を荷電し、分級装置113を用いて分級する超微粒子分級部102、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部103から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行う超微粒子生成堆積装置である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光で励起し、アブレーション反応によって前記ターゲット材の脱離・射出を行い、前記アブレーション反応によって脱離・射出された物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、生成された超微粒子を前記アブレーション反応によって生じたアブレーションプラズマの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部、収集された超微粒子を荷電し微分型電気移動度分級装置を用いて分級する超微粒子分級部、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行うことを特徴とする超微粒子生成堆積装置。

【請求項2】 前記超微粒子生成部、分級部、堆積部を超高真空中に排気後、高純度の低圧希ガス雰囲気下で超微粒子の生成・分級・堆積を行うことを特徴とする請求項1記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項3】 さらに、前記超微粒子生成部に設けた圧力計により前記超微粒子堆積部に接続された排気ポンプの排気速度をフィードバック制御することを特徴とする請求項1あるいは2記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項4】 前記超微粒子収集パイプの位置を前記ターゲット材に対して3軸方向に移動可能とする超微粒子収集パイプ移動機構を有することを特徴とする請求項1から3のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項5】 さらに、前記超微粒子収集パイプを形状・構造が異なるパイプと容易に交換可能となる超微粒子収集パイプ着脱機構を有することを特徴とする請求項1から4のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項6】 前記超微粒子分級部において超微粒子の荷電に放射性同位体を用いる請求項1から5のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項7】 前記超微粒子分級部において超微粒子の荷電に紫外光ランプを用いる請求項1から5のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項8】 前記超微粒子堆積用ノズルと前記堆積基板間の距離を可変する移動機構を有する請求項1から7のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項9】 前記超微粒子堆積基板を冷却する機構を有する請求項1から8のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

【請求項10】 前記超微粒子堆積基板を帯電する機構を有する請求項1から8のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は機能材料製造装置に関するものであり、特に、量子サイズ効果から様々な機能発現が期待できる超微粒子の粒径制御、収量向上、汚

染軽減をなし得る優れた特徴を有する機能材料製造装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 Si系ⅢⅤ族材料から構成される半導体超微粒子を可視発光等が可能となる光電子材料として用いるためには、粒径がnm（ナノメートル）レベルで制御された球状超微粒子作製が不可欠である。さらに、nmレベルの超微粒子作製にはレーザーアブレーション法が好適である。

【0003】 図5は例えば特開平9-275075号に記載された、従来のターゲット材に対してレーザーアブレーション法を施すことにより、超微粒子を作製堆積するための装置概念図である。

【0004】 図5においてエキシマレーザー光源502からのレーザー光がスリット503、集光レンズ504、ミラー505、レーザー光導入窓506から構成された光学系を經由し、真空反応室501に導入され、真空反応室501の内部に設置されたターゲットホルダー507に配置されたターゲット材508の表面に集光照射される。

【0005】 さらに、ターゲット材508表面の放線方向に堆積基板509が配置されている。ターゲット材508からのレーザーアブレーションによる脱離・射出物質は堆積基板509上に捕集・堆積される。

【0006】 上記のように構成された装置において、Siをターゲット材とした場合の半導体超微粒子の作製について考える。

【0007】 まず、真空反応室501を、ターボ分子ポンプを主体とした高真空排気系512により、 $1 \times 10^{-8}$  Torrの高真空まで排気後、高真空排気系512を閉鎖する。

【0008】 次に、希ガス導入ライン510を通じてヘリウムガス(He)を真空反応室501内に導入し、マスフローコントローラ511による流量制御とドライロータリーポンプを主体とした差動排気系513による差動排気により、一定圧力(1.0~20.0 Torr)の低圧希ガス(He)雰囲気に真空反応室501を保持する。保持された数TorrのHeガス雰囲気下で、ターゲット材表面に高エネルギー密度(例えば $1.0 \text{ J/cm}^2$ 以上)のレーザー光を照射し、ターゲット材からの物質の脱離・射出を行う。

【0009】 脱離物質は雰囲気ガス分子に運動エネルギーを散逸するため、空中での凝縮・成長が促され、堆積基板509上で粒径数nmから数十nmの超微粒子に成長して堆積される。

【0010】 元来、ⅢⅤ族半導体は間接遷移型なので、バンド間遷移においてはフォノンの介在が不可欠であり、必然的に再結合過程では熱の発生が多く、輻射再結合をする確率はきわめて少ないが、形状を粒径が数nmレベルの超微粒子にすると、バンド間遷移における波数

選択則の緩和、振動子強度の増大等の効果が生じることにより、電子-正孔対の輻射再結合過程の発生確率が増大し、強い発光を呈することが可能となる。

【0011】ここで、発光波長（発光フォトンエネルギー）の制御には、図6に示した超微粒子粒径の減少に伴う量子閉じこめ効果による吸収端発光エネルギー（バンドギャップE<sub>g</sub>に対応）の増大を利用する。つまり、単一発光波長を得るためには超微粒子粒径の均一化が不可欠である。発光波長に対応した粒径の超微粒子を可能な限り粒径分布を抑制して生成・堆積できれば単色発光する光電子材料を得ることが可能となる。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】上記従来の技術で述べたように光電子材料としての半導体超微粒子を用いて単一波長の発光を行うためには、粒径分布の抑制された単一粒径の数nmレベルの超微粒子の生成・堆積が要求されている。

【0013】従来の技術では雰囲気希ガスの圧力、ターゲット材と堆積基板の距離等を適切に選んでやることによって、平均粒径を制御することは可能であるが、依然として粒径の分布は存在するために、例えば幾何標準偏差 $\sigma_g$ が1.2以下であるような、均一な粒径の半導体超微粒子を得ることは困難である。つまり、より積極的な粒径制御が必要とされている。また、nmレベルの超微粒子はその高い表面原子割合（例えば粒径5nmで約40%）のために非常に不純物や欠陥の混入に敏感である。

【0014】つまり、生成堆積手法としてより清浄でダメージの少ないプロセスが求められている。

【0015】本発明は上記従来の課題を解決するためになされたもので、単一粒径・均一構造を有するnmレベルの高純度超微粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製し、堆積基板上に堆積する超微粒子生成堆積装置を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために本発明の超微粒子の生成堆積装置は、レーザーアブレーションによる超微粒子の生成、微分型電気移動度分級装置による超微粒子の粒径制御、さらに堆積基板への超微粒子の堆積を連続的な一括のプロセスで行うように構成したものである。

【0017】かかる構成により、単一粒径・均一構造の高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積基板上に堆積することができ、さらに、汚染・ダメージを軽減することができる。

【0018】

【発明の実施の形態】本発明の請求項1に記載の発明は、低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光で励起し、アブレーション反応によってターゲット材の脱離・射出を行い、脱離・射出された物質を空中で凝縮・

成長させて超微粒子を生成し、生成された超微粒子をアブレーション反応によって生じたアブレーションルームの成長方向に配置された超微粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部、収集された超微粒子を荷電し微分型電気移動度分級装置を用いて分級する超微粒子分級部、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行うことを特徴とする超微粒子生成堆積装置であり、単一粒径・均一構造の高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積基板上に堆積するという作用を有する。

【0019】本発明の請求項2に記載の発明は、請求項1記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子生成部、分級部、堆積部を超高真空中に排気した後、高純度の低圧希ガス雰囲気下で超微粒子の生成・分級・堆積を行うことを特徴とするものであり、生成堆積される超微粒子の汚染を軽減し高純度化を促進するという作用を有する。

【0020】本発明の請求項3に記載の発明は、請求項1または2記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子生成部に設けた圧力計により超微粒子堆積部に接続された排気ポンプの排気速度をフィードバック制御することを特徴とするものであり、超微粒子分級部における超微粒子の分級精度を向上するという作用を有する。

【0021】本発明の請求項4に記載の発明は、請求項1乃至3のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子収集パイプの位置をターゲット材に対して3軸方向に移動可能とする超微粒子収集パイプ移動機構を有することを特徴とするものであり、ターゲット材からの脱離・射出物質の空中での凝集・成長による超微粒子生成時の重要なパラメータであるターゲット材に対する超微粒子収集パイプの位置・距離を制御し効率的な超微粒子を生成することができるという作用を有する。

【0022】本発明の請求項5に記載の発明は、請求項1乃至4のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子収集パイプを形状・構造が異なるパイプと容易に交換可能となる超微粒子収集パイプ着脱機構を有することを特徴とするものであり、生成された超微粒子の収集において、超微粒子収集パイプの形状・構造が及ぼす効果を容易に判別し、最適化を行うことで、超微粒子を効率的に収集することができるという作用を有する。

【0023】本発明の請求項6に記載の発明は、請求項1乃至5のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子分級部において超微粒子の荷電に放射性同位体を用いるものであり、小容積で超微粒子の荷電を行い装置全体を小型化することができるという作用を有する。

【0024】本発明の請求項7に記載の発明は、請求項1乃至5のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置にお

いて、超微粒子分級部において超微粒子の荷電に紫外光ランプを用いるものであり、効率的に超微粒子を荷電することができるという作用を有する。

【0025】本発明の請求項8に記載の発明は、請求項1乃至7のいずれかに記載の超微粒子生成堆積装置において、超微粒子堆積用ノズルと積基板間の距離を可変する移動機構を設けたものであり、堆積用ノズル・堆積基板双方の交換を容易にし、さらに堆積用ノズルと堆積基板双方の形状・距離を可変とすることで、超微粒子の堆積条件を最適化することができるという作用を有する。

【0026】本発明の請求項9のように超微粒子堆積基板を冷却あるいは、請求項10のように超微粒子堆積基板を帯電することにより、超微粒子の堆積基板への付着を促進することができる。

【0027】(実施の形態)以下、本発明の実施の形態について、図1から図4を用いて説明する詳細に説明する。図1は本実施の形態における超微粒子生成堆積装置の全体構成を示す図である。この図に示された超微粒子生成堆積装置は、超微粒子を生成する超微粒子生成部101と、超微粒子生成部101に接続されこの超微粒子生成部101において生成された超微粒子を分級する超微粒子分級部102と、超微粒子分級部102において分級された超微粒子を堆積する超微粒子堆積部103とから構成されている。

【0028】ここで、超微粒子生成部101の基本的な構成は、超微粒子生成を行う真空反応室104、真空反応室104に雰囲気希ガス(キャリアガス105)を一定質量流量Qa(例えば1l/min.)で導入するためのマスフローコントローラ106、雰囲気希ガス圧力を計測する圧力計107から成る。

【0029】また、超微粒子分級部102の基本的な構成は、質量流量Qaで搬送される、超微粒子生成部101で生成された超微粒子を、例えばAm241のような放射性同位体を用いて荷電する荷電室110、超微粒子を上記のように荷電された状態で分級する微分型電気移動度分級装置113、微分型電気移動度分級装置113内で一定質量流量Qc(例えば5l/min.)の流れを形成するためのシースガス111を微分型電気移動度分級装置113に導入するマスフローコントローラ112から成る。ここで、超微粒子の荷電は、エキシマランプのような紫外光ランプを用いても良いし、放射性同位体と紫外光ランプの双方を同時に用いても一向に構わない。

【0030】さらに、超微粒子堆積部103の基本的な構成は、微分型電気移動度分級装置113から排気されたシースガスの流量を計測するマスフローメータ115、シースガスの排気速度を制御するコンダクタンス可変バルブ116、堆積基板上に分級された超微粒子の堆積を行う超微粒子堆積室117、堆積室から排気されたキャリアガスの流量を計測するマスフローメータ118、キャリアガスの排気速度を制御するコンダクタンス

可変バルブ119、キャリアガスおよびシースガスの排気を行うルーツポンプ120、ルーツポンプに直列に配置されたドライポンプ121から成る。

【0031】次に、図1から図4を用いて、超微粒子の生成・収集・分級・堆積に関して説明する。図1のターボ分子ポンプを主体とした超高真空排気系109によって真空反応室104を $< 1 \times 10^{-8}$  Torrの超高真空に排気後、超高真空排気系109を閉鎖する。

【0032】同時に、超微粒子生成部101と超微粒子分級部102の間、微分型電気移動度分級装置113とマスフローメータ115の間、および超微粒子堆積室117とマスフローメータ118の間を閉鎖した状態でターボ分子ポンプを主体とする超高真空排気系114によって荷電室110、微分型電気移動度分級装置113、超微粒子堆積室117を $< 1 \times 10^{-7}$  Torrの超高真空まで排気後、超高真空排気系114を閉鎖する。

【0033】次にマスフローコントローラ106を用いて真空反応室104に質量流量Qaでキャリアガス(高純度希ガス、例えば6NのHe)を導入する。ここで、超微粒子生成部101と超微粒子分級部102の間を開放する。

【0034】さらに、微分型電気移動度分級装置113とマスフローメータ115の間、超微粒子堆積室117とマスフローメータ118の間も開放する。このときコンダクタンス可変バルブ116および119は全開放状態であり、ルーツポンプ120およびドライポンプ121は稼働状態である。

【0035】次にマスフローコントローラ112を用いて微分型電気移動度分級装置113に質量流量Qcでシースガス(高純度希ガス、例えば6NのHe)を導入する。そして、真空反応室104に配置された圧力計107を用いてコンダクタンス可変バルブ119をフィードバック制御しつつ、コンダクタンス可変バルブ116でバランスを取ることによって、真空反応室の雰囲気希ガス圧力を一定に保ちつつ、マスフローメータ118の計測値がQaに、マスフローメータ115の計測値がQcとなるように、排気ラインのコンダクタンスを制御する。

【0036】上記のような手順で、超微粒子が生成・収集・分級・堆積される真空反応室104、荷電室110、微分型電気移動度分級装置113、超微粒子堆積室117を超高真空に排気後、高純度の希ガスを導入することで超微粒子に対する酸素等の汚染を軽減することができる。

【0037】また、真空反応室104における雰囲気希ガス圧力を一定に保ちつつ、キャリアガス・シースガスの流量を一定に保つことにより、安定した超微粒子生成条件を保持することが可能となり、ひいては超微粒子の分級精度を向上することができる。

【0038】超微粒子が生成される真空反応室104の

内部構成は図2に示すように、自転機構を有するターゲットフォルダー23、ターゲットフォルダー23上に配置されたターゲット材22、レーザー光21によって励起されたアブレーションルーム25の成長方向(ターゲット材22の放線方向)に配置されたxyzの3軸方向に移動可能な超微粒子収集パイプ24、超微粒子収集パイプ24の着脱・交換を行うための超微粒子収集パイプ着脱機構27から成る。

【0039】レーザー光21によって励起され、アブレーション反応によってターゲット材22から脱離・射出された物質は雰囲気希ガス分子に運動エネルギーを散逸するため、空中での凝縮・成長が促され、数nmから数十nmの超微粒子に成長する。ここで、成長する超微粒子の粒径、生成された超微粒子同士の凝集現象はレーザー光21の照射位置に対する3次元的な場所依存性を持つ。つまり、超微粒子収集パイプ24を図2のxyzの3軸方向に可動とすることで、レーザー光21の照射位置に対して3次元的に最適な位置に超微粒子収集パイプ24を配置することで、狙った粒径に成長した超微粒子を、超微粒子同士の凝集を抑制しつつ効率的に収集することが可能となる。

【0040】さらに、超微粒子収集パイプ24を着脱可能とする超微粒子収集パイプ着脱機構27を設けることで、形状・構造の異なる超微粒子収集パイプ(例えばパイプにテーパ形状を持たせる)は容易に着脱・交換可能であり、超微粒子収集パイプ24の形状・構造の最適化を行うことが可能となり、超微粒子収集の効率化を図ることができる。加えて、真空反応室内の雰囲気希ガス圧力を上記のような手順で制御することにより、超微粒子の生成における雰囲気希ガス圧力依存性を制御することもできる。

【0041】超微粒子収集パイプ24で収集された超微粒子は、質量流量Qaで荷電室110に搬送され、放射性同位体あるいは、紫外線ランプの少なくとも一方によって荷電される。ここで、放射性同位体のみを超微粒子の荷電に用いれば、荷電室の容積を小さくすることができ、ひいては装置全体の小型化が可能となる。また、紫外線ランプ、あるいは紫外線ランプと放射性同位体双方を超微粒子の荷電に用いれば、より効率的に超微粒子を荷電することができ、超微粒子の収量を向上することができる。

【0042】荷電室110で荷電された超微粒子は図3に示すような微分型電気移動度分級装置に搬送される。質量流量Qaで搬送された荷電超微粒子は、キャリアガス導入口304から導入され、キャリアガスの流れを等方的に均一化するキャリアガスバッファ305を介して、R1、R2の半径を持つ二重円筒構造部にキャリアガス吹き出し口306から流れ込む。

【0043】また、シースガス導入口301からシースガスバッファ302に導入された質量流量Qcを有する

シースガスは、シースガスバッファ302およびフィルタ303を通過することにより、層流となって二重円筒構造部に流れ込む。二重円筒構造部に流入した荷電超微粒子は、図3のように直流電源309によって二重円筒間に印加された静電界によって、円筒の軸に向かって力を受ける。荷電超微粒子は粒径によってその電気移動度が異なるため、キャリアガス吹き出し口306とスリット307間の距離Lおよび、直流電源309の電圧Vと二重円筒の半径R1、R2で決まる電界強度に従って、単一粒径のみの荷電超微粒子がスリット307に流入する。

【0044】このように、キャリアガス排気口311から搬出される荷電超微粒子は微分型電気移動度分級装置によって単一粒径に分級される。ここで、上記のような手段で導入されるキャリアガス・シースガスの質量流量と、排気されるキャリアガス・シースガスの質量流量がそれぞれ等しくなるように制御してやることにより、分級精度を理論上の値に近づけることができる。

【0045】微分型電気移動度分級装置113で分級された荷電超微粒子は、図4に示すような超微粒子堆積室に搬送される。搬送された荷電超微粒子は堆積用ノズル42から堆積室41に噴出し、堆積基板フォルダー44上に配置された、堆積基板43上に堆積される。堆積基板43を図4のz方向に移動可能とする堆積基板移動機構48を設けることで、堆積用ノズル42と堆積基板43の距離を可変とすることができるうえ、堆積用ノズル42・堆積基板43双方の交換を容易にし、形状を任意に変更することができる。堆積用ノズル42の形状を変更して、噴出する超微粒子の速度を変化させ、堆積用ノズル42と堆積基板43の距離を制御することにより、堆積基板43が堆積ノズル42から噴出する超微粒子を含んだ気流に対してカスケード・インパクターとして作用することを抑制することができる。逆に、堆積基板43をカスケード・インパクターとして作用させることも可能であり、堆積超微粒子粒径の更なる均一化を行うこともできる。

【0046】また、堆積基板43は直流電源47で直流電圧を印加することにより帯電し、さらにペルチェ素子46によって冷却されている。つまり、堆積基板43を帯電・冷却することで、荷電超微粒子の堆積基板43への付着を促進し、捕集効率を向上させることができる。

【0047】なお、ここでは堆積基板43を帯電し、かつ冷却したが、必ずしも帯電・冷却の双方を行う必要はない。

【0048】上記のように、低圧希ガス雰囲気下でターゲット材をレーザー光で励起し、アブレーション反応によってターゲット材の脱離・射出を行い、脱離・射出された物質を空中で凝縮・成長させて超微粒子を生成し、生成された超微粒子をアブレーション反応によって生じたアブレーションルームの成長方向に配置された超微

粒子収集パイプによって収集する超微粒子生成部、収集された超微粒子を荷電し微分型電気移動度分級装置を用いて分級する超微粒子分級部、分級された超微粒子を堆積基板上に超微粒子堆積用ノズルを介して堆積する超微粒子堆積部から構成される、超微粒子の生成から堆積までを連続的な一括のプロセスで行う超微粒子生成堆積装置を用いることで、単一粒径・均一構造の高純度超微粒子を効率的に作製し、堆積基板上に堆積することができる。

#### 【0049】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、単一粒径・均一構造となるように制御された高純度超微粒子の作製を容易にかつ効率的に行うことができ、生成された超微粒子を堆積基板上に確実に堆積することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態における超微粒子生成堆積装置の全体構成図

【図2】本発明の実施の形態における超微粒子が生成される真空反応室の内部構成図

【図3】本発明の実施の形態における微分型電気移動度分級装置の構成図

【図4】本発明の実施の形態における超微粒子堆積室の構成図

【図5】従来の超微粒子を作製堆積するための装置概念図

【図6】超微粒子粒径とその吸収端発光エネルギーの相関図

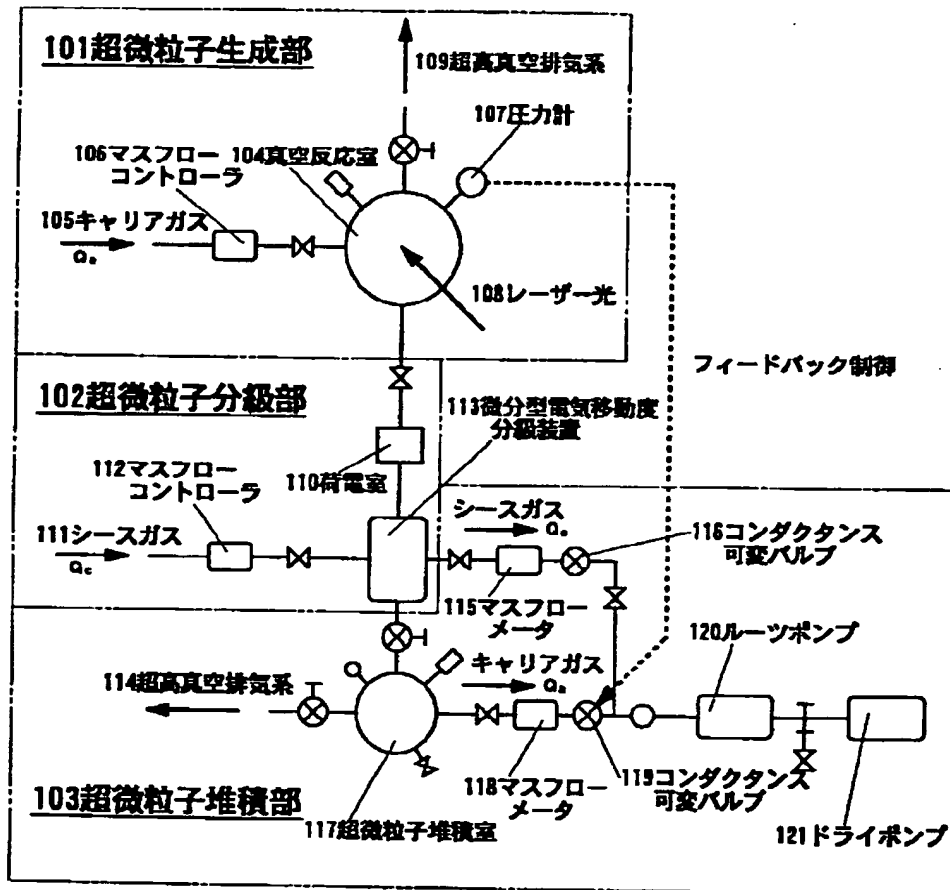
#### 【符号の説明】

101 超微粒子生成部  
102 超微粒子分級部  
103 超微粒子堆積部  
104、501 真空反応室  
105、26 キャリアガス  
106、112、511 マスフローコントローラ  
107 圧力計  
108、21 レーザー光  
109、114 超高真空排気系

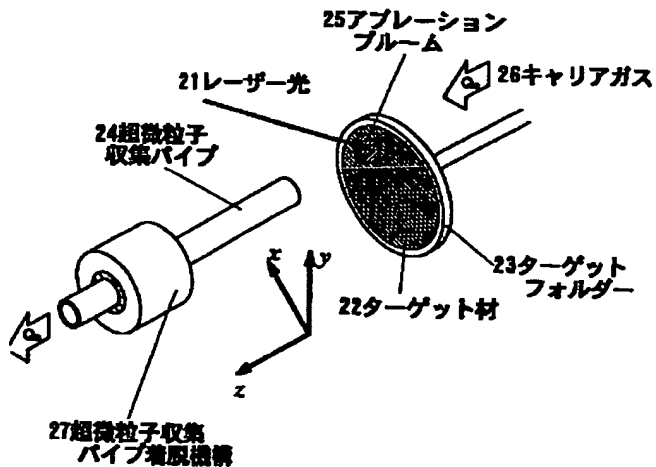
110 荷電室  
111 シースガス  
113 微分型電気移動度分級装置  
115、118 マスフローメータ  
116、119 コンダクタンス可変バルブ  
117 超微粒子堆積室  
120 ルーツポンプ  
121 ドライポンプ  
22、508 ターゲット材  
23、507 ターゲットホルダー  
24 超微粒子収集パイプ  
25 アブレーションルーム  
27 超微粒子収集パイプ着脱機構  
301 シースガス導入口  
302 シースガスバッファ  
303 フィルタ  
304 キャリアガス導入口  
305 キャリアガスバッファ  
306 キャリアガス吹き出し口  
307、503 スリット  
308 絶縁体  
39、47 直流電源  
310 シースガス排気口  
311 キャリアガス排気口  
41 堆積室  
42 堆積用ノズル  
43、509 堆積基板  
44 堆積基板ホルダー  
45 キャリアガス排気系  
46 ベルチエ素子  
502 エキシマレーザ光源  
504 集光レンズ  
505 ミラー  
506 光導入窓  
510 希ガス導入ライン  
512 高真空排気系  
513 差動排気系



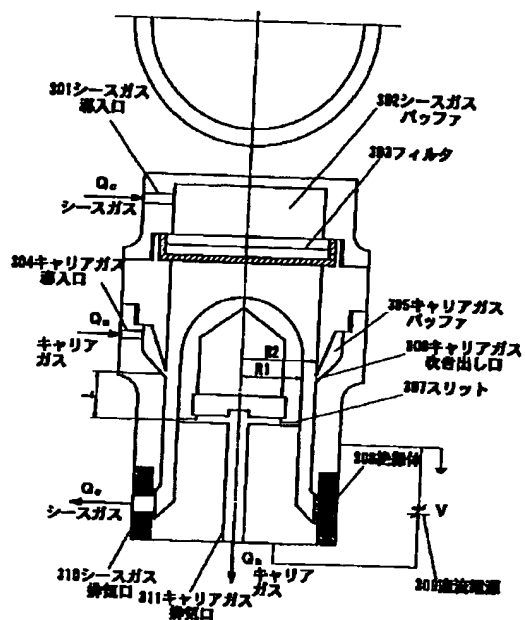
【図1】



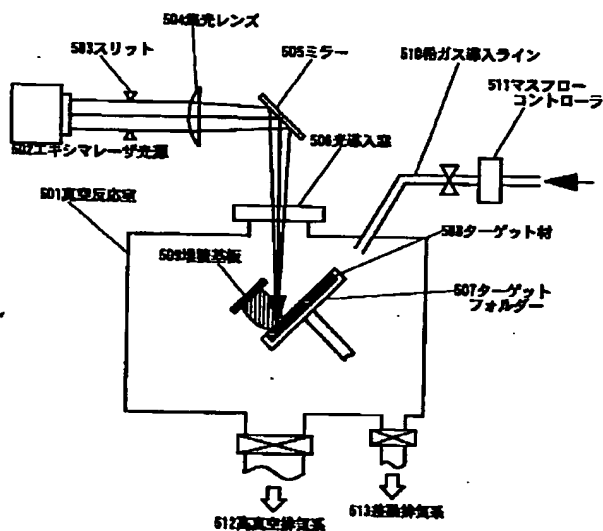
【図2】



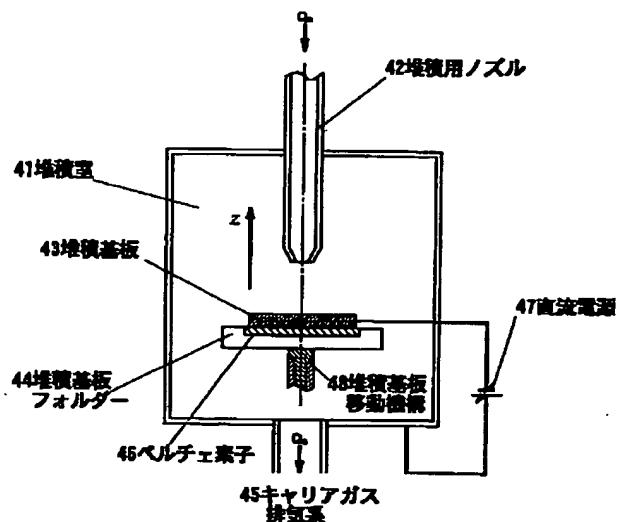
【図3】



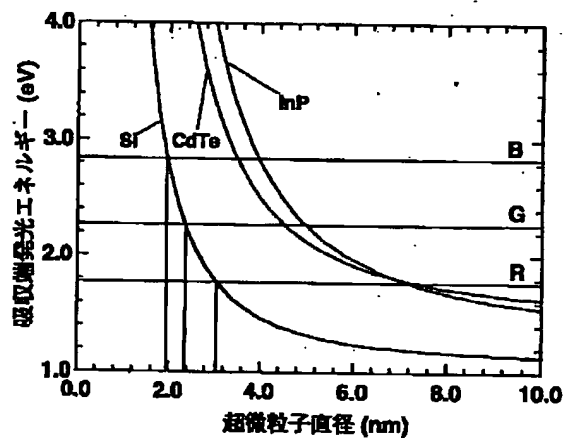
【図5】



【図4】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 信 靖  
神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1  
号 松下技研株式会社内

(72)発明者 吉 田 岳 人  
神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1  
号 松下技研株式会社内

(72)発明者 牧 野 俊 晴  
神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1  
号 松下技研株式会社内

(72)発明者 山 田 由 佳  
神奈川県川崎市多摩区東三田3丁目10番1  
号 松下技研株式会社内

(72)発明者 瀬 戸 章 文  
茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技  
術院機械技術研究所内

(72)発明者 綾 信 博  
茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技  
術院機械技術研究所内

Fターム(参考) 4K029 BA35 BC07 BD01 CA01 DA00  
DA02 DA05 DB08 DB20 EA08